# **EUROPEAN PATENT OFFICE**

# Patent Abstracts of Japan

**PUBLICATION NUMBER** 

10212105

**PUBLICATION DATE** 

11-08-98

APPLICATION DATE

29-01-97

APPLICATION NUMBER

09015666

APPLICANT: NGK FUIRUTETSUKU KK;

INVENTOR: HISANAMI SHINJI;

INT.CL.

C01B 5/00 B01F 1/00 H01L 21/304

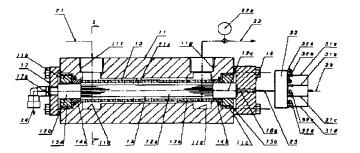
TITLE

METHOD FOR ADJUSTING SPECIFIC

**RESISTANCE OF ULTRA-PURE** 

WATER AND DEVICE FOR ADJUSTING

SPECIFIC RESISTANCE



ABSTRACT :

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently lower the specific resistance value of ultra-pure water by smoothing the permeation of carbon dioxide through a hydrophobic permeable membrane in the case the specific resistance value of the ultra-pure water is adjusted by permeating the carbon dioxide through the hydrophobic permeable membrane to dissolve the carbon dioxide into the ultra-pure water.

SOLUTION: In the method for adjusting the specific resistance of the ultra- pure water by dissolving the carbon dioxide into the ultra-pure water passing the inside of a treating chamber and adjusting the specific resistance value of the ultra-pure water; turbulence is generated by the effect of turbulence generating means 13, 18 in the water flow of the ultra-pure water in contact with the hydrophobic permeable membrane, by which the desorption of the bubbles of the carbon dioxide from the openings of permeation holes is assisted and the diffusion of the gaseous bubbles after the desorption into the ultra-pure water is assisted. The dissolution of the carbon dioxide into the ultra-pure water is thus accelerated and the specific resistance value of the ultra-pure water is efficiently lowered.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

#### (11)特許出願公開番号

# 特開平10-212105

(43)公開日 平成10年(1998)8月11日

(51) Int.Cl.6	識別記号	FΙ		
C 0 1 B 5/00		C 0 1 B 5/00	Z	
B01F 1/00		B 0 1 F 1/00	В	
H01L 21/304	3 4 1	H 0 1 L 21/304	3 4 1 S	

# 審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 7 頁)

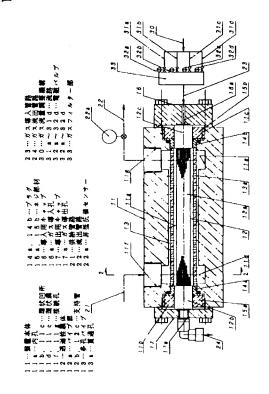
		DI TEMPOR	Manager Manager of the Control of th
(21)出願番号	特願平9-15666	(71)出顧人	000004064
			日本碍子株式会社
(22)出顧日	平成9年(1997)1月29日		愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
		(71)出願人	593157781
			エヌジーケイ・フィルテック株式会社
			神奈川県茅ケ崎市萩園2791番地
		(72)発明者	岩渕 宗之
			愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日
			本碍子株式会社内
		(72)発明者	久波 信二
			神奈川県横浜市神奈川区片倉町430-5
		(74)代理人	弁理士 長谷 照一 (外2名)
		1	

#### (54) 【発明の名称】 超純水の比抵抗調整方法および比抵抗調整装置

#### (57)【要約】

【課題】炭酸ガスを疎水性透過膜を透過して超純水に溶 解させて、超純水の比抵抗値を調整する場合に、炭酸ガ スの疎水性透過膜への透過を円滑にして、超純水の比抵 抗値を効率よく低減させる。

【解決手段】処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを溶 解させて超純水の比抵抗値を調整する超純水の比抵抗調 整方法において、超純水における疎水性透過膜との接触 する水流に、乱流発生手段13,18の作用で乱流を生 じさせることにより、炭酸ガスの気泡の透過孔の開口か らの離脱を助勢するとともに、離脱後の気泡の超純水へ の拡散を助勢して、超純水への炭酸ガスの溶解を促進さ せて、超純水の比抵抗値を効率よく低減させる。



### 【特許請求の範囲】

【請求項1】一定流量の超純水を常時流通させる処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路に炭酸ガスを流通させて、炭酸ガスの一部を同流通路を構成する疎水性透過膜を透過させることにより、前記処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを密解させて超純水の比抵抗値を調整する超純水の比抵抗調整方法において、前記超純水における前記疎水性透過膜との接触する水流に乱流を生じさせることを特徴とする超純水の比抵抗調整方法。

【請求項2】請求項1に記載の比抵抗調整方法において、前記超純水の一部を多数の貫通孔を周壁に有する簡体に流通させることにより、同超純水における前記疎水性透過膜との接触する水流に乱流を生じさせることを特徴とする超純水の比抵抗調整方法。

【請求項3】請求項1に記載の比抵抗調整方法において、前記超純水の一部の流動を規制することにより、同超純水における前記疎水性透過膜との接触する水流に乱流を生じさせることを特徴とする超純水の比抵抗調整方法。

【請求項4】請求項1,2または3に記載の超純水の比抵抗調整方法を実施するための比抵抗調整装置であり、超純水を供給する入口および流出させる出口を有する処理室と、炭酸ガスを供給する入口および流出させる出口を有し前記処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路と、同流通路の外周に沿って所定の周間隔を保持して配設された乱流発生手段を備えていることを特徴とする超純水の比抵抗調整装置。

【請求項5】請求項4に記載の比抵抗調整装置において、前記乱流発生手段として、多数の貫通孔を周壁に有する簡体を採用して、同簡体を前記流通路の外周に沿って所定の周間隔を保持して配設したことを特徴とする超純水の比抵抗調整装置。

【請求項6】請求項4に記載の超純水の比抵抗調整装置において、前記乱流発生手段として、複数の水流規制板を採用して、これら各水流規制板を前記流通路の外周に沿って所定の周間隔を保持しかつ互いに所定の間隔を保持して配設したことを特徴とする超純水の比抵抗調整装置。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、超純水に炭酸ガス を溶解して超純水の比抵抗値を調整するための比抵抗調 整方法、およひ比抵抗調整装置に関する。

#### [0002]

【従来の技術】超純水は、半導体の製造工程において基板の洗浄に使用されるが、超純水の比抵抗値が高い場合には基板に静電気が発生して、基板に絶縁破壊が生したり、微粒子が付着する等の不都台が生じる。このため、

基板の洗浄水として使用される超純水は、その使用に先だって比抵抗値を低減させる処理をして、その比抵抗値を所定の範囲に調整することが好ましい。超純水の比抵抗値を調整する手段の一例としては、特公平5-21841号公報に示されている比抵抗調整方法、および比抵抗調整装置がある。

【10003】当該比抵抗調整方法は、一定流量の超純水を常時流通させる処理室と、同処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路を備えた比抵抗調整装置を使用して、超純水の比抵抗値を調整するもので、流通路に炭酸ガスを流通してその一部を同流通路を構成する疎水性透過膜を透過させることにより、前記処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを溶解させて超純水の比抵抗値を低減して所定の範囲に調整するものである。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】ところで、当該比抵抗調整方法および比抵抗調整装置において、超純水の比抵抗値を効率よく低減させるには、流通路を形成する疎水 20 性透過膜の超純水に対する接触面積を増大して炭酸ガスの超純水側への透過量を増大させることが考えられるが、種々検討した結果、疎水性透過膜の接触面積を増大させる場合においても、超純水の比抵抗値はその接触面積の増大に対応しては十分には低減しないことを知得した。

【0005】従って、本発明の目的は、超純水の処理室内での水流に着目して、この水流を有効に利用することにより、疎水性透過膜における炭酸ガスの超純水側への透過を円滑にして、超純水の比抵抗値を効率よく低減さ30 せることにある。

#### [0006]

50

【課題を解決するための手段】本発明は超純水の比抵抗調整方法に関し、特に、当該比抵抗調整方法は、一定流量の超純水を常時流通させる処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路に炭酸ガスを流通させて、炭酸ガスの一部を同流通路を構成する疎水性透過膜を透過させることにより、前記処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを溶解させて超純水の比抵抗値を調整する方式の超純水の比抵抗調整40方法に関する。

【0007】しかして、本発明に係る超純水の比抵抗調整方法は、上記した方式の比抵抗調整方法において、前記超純水における前記疎水性透過膜との接触する水流に乱流を生じさせることを特徴とするものである。

【0008】当該比抵抗調整方法においては、前記超純水の一部を多数の貫通孔を周壁に有する简体に流通させることにより、同超純水における前記疎水性透過膜との接触する水流に乱流を生じさせる方法、または前記超純水の一部の流動を規制することにより、同超純水における前記疎水性透過膜との接触する水流に乱流を生じさせ

る方法を採用することができる。

【0009】また、本発明は上記した方式の超純水の比対抗調整方法を実施するための比抵抗調整装置であり、当該比抵抗調整装置は、超純水を供給する入口および流出させる出口を有する処理室と、炭酸ガスを供給する人口および流出させる出口を有し前記処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路と、同流通路の外周に沿って所定の周間隔を保持して配設された乱流発生手段を備えていることを特徴とするものである。

【0010】当該比抵抗調整装置においては、前記乱流発生手段として、多数の貫通孔を周壁に有する簡体を採用して、同簡体を前記流通路の外周に沿って所定の周間隔を保持して配設し、または複数の水流規制板を採用して、これら各水流規制板を前記流通路の外周に沿って所定の周間隔を保持しかつ互いに所定の間隔を保持して配設する構成とすることができる。

## [0011]

【発明の作用・効果】本発明に係る超純水の比抵抗調整方法、および比抵抗調整装置においては、超純水におけ 20 る疎水性透過膜に接触する水流に乱流を生じさせるものであり、この乱流が炭酸ガスの超純水側への侵入および拡散を助勢することにより炭酸ガスの超純水への溶解を促進させ、これにより、超純水の比抵抗値を効率よく低減させることができるものと理解される。

【0012】この理由は、必ずしも定かではないが、当該比抵抗調整方法および比抵抗調整装置においては、炭酸ガスは疎水性透過膜の微細な透過孔を透過し、透過孔の開口から気泡となって離脱して超純水に侵入後に溶解するものであるが、この間、超純水における疎水性透過 30膜に接触する乱流は、炭酸ガスの気泡の透過孔の開口からの離脱を助勢するとともに、離脱後の気泡の超純水への拡散を助勢して、超純水への炭酸ガスの溶解を促進させることにより、超純水の比抵抗値を効率よく低減させることができるものと理解される。

#### [0013]

## 【発明の実施の形態】

(第1の比抵抗調整装置および比抵抗調整方法) 図1および図2には、本発明に係る超純水の比抵抗調整装置の一例が示されている。当該比抵抗調整装置は、乱流発生 40手段として、周壁に多数の貫通孔を有する簡体である多孔パイプを採用しているもので、装置本体11と、小径の多数のパイプを束状に拘束してなる透過性膜体12と、多孔パイプ13を備えている。

【0014】装置本体11は、所定長さの角柱状のもので、その中央部には、長手方向に延びる断面円形状の内孔11aと、内孔11aの各端部に形成された设付きの一対の環状凹所11b,11cと、各環状凹所11b,11cより内側にて内孔11aの外周に形成された一対の環状溝11d,11cを備えており、一方の環状溝1 50

1 dは超純水の供給管路21の接続孔11fに連通し、かつ他方の環状溝11eは超純水の流出管路22の接続孔11gに連通している。これにより、装置本体11の内孔11aは、超純水が流通する処理室を構成する。なお、流出管路22には、超純水の比抵抗値を検出するための比抵抗値センサー22aが介装されている。

【0015】透過性膜体12は、多数のパイプ群12aと、パイプ群12aを各端部にて支持する支持管12b、12cからなり、パイプ群12aを構成する各パイ10プは炭酸ガスの透過性能を有するポリブロピレンにて形成されており、各支持管12b、12cとともに、炭酸ガスを流通させる流通路を形成する。透過性膜体12においては、バイブ群12aの外形は装置本体11の内孔11aの内径より小さい寸法に、また各支持管12b、12cの外形はパイプ群12aの外形と内孔11aの内径の中間の寸法に形成されている。

【0016】多孔パイプ13は、パンチングメタル状に 形成されたパイプであって、その周壁には多数の貫通孔 13aを有するもので、その外形は内孔11aの内径よ り小さく、かつ各支持管12b、12cの外形よりわず かに大きい寸法に形成されている。

【0017】多孔パイブ13は、装置本体11の内孔11a内に同心的に配置されて、両端部にて環状凹所11b,11cの小径部に嵌合されて支持されている。また、透過性膜体12は、装置本体11の内孔11a内に配置された多孔パイプ13の内孔内に同心的に配置されて、各支持管12b,12cにてブラグ14a,14b、およびネジ部材15a,15bを介して、各環状凹所11b,11cに被密的かつ気密的に組付けられている。

【0018】装置本体11においては、その一方の端部に炭酸ガスの導入用キャップ16がボルトを介して取付けられ、またその他方の端部に炭酸ガスの導出用キャップ17がボルトを介して取付けられている。導入用キャップ16はガス導入孔16aを有し、ガス導入孔16aの一端は支持管12cの内孔に接続され、かつその他端はガス流量調整機構30の導入管路23に接続されている。また、導出用キャップ17はガス導出孔17aを有し、ガス導出孔17aの一端は支持管12bの内孔に接続され、かつその他端はガス流出管路24に接続されている。

【0019】ガス流量調整機構30は、互いに並列する4本の流路31a~31dを備え、各流路31a~31dにはそれぞれ電磁バルブ32a~32dと、ガスフィルター部33とが介装されている。各電磁バルブ32a~32dは、電磁式の開閉バルブであり、またガスフィルター部33は、ガス透過量をそれぞれ異にする4個のフイルターを備え、各流路31a~31dに接続されている。

【0020】ガス流量調整機構30においては、図示し

ないコントローラからの動作信号に基づいて各電磁バルプ32a~32dの開閉動作が制御されて、透過性膜体12内への炭酸ガスの流量を制御するもので、コントローラは比抵抗値センサー22aからの比抵抗値の検出信号に基づいて、各電磁バルプ32a~32dに対して動作信号を出力する。

【0021】当該比抵抗調整装置を使用して超純水の比抵抗値を調整するには、被処理水である一定の温度の超純水を供給管路21を通して一定の圧力、一定の流量で内孔11a内に供給するとともに、流出管路22を通し 10 て流出させ、かつ透過性膜体12内へは炭酸ガスをガス流量調整機構30を介してガス導入管路23を通して供給するとともに、ガス流出管路24を通して流出させる。

【0022】この間、透過性膜体12内を流通する炭酸ガスの一部は、パイプ群12aを構成する各パイプの透過性膜を透過して内孔11a内に侵入して超純水に溶解し、超純水の比抵抗値を所定の値に低下させる。また、この間、内孔11aから流出する超純水の比抵抗値は、比抵抗値センサー22aにより常時検出され、図示しな20いコントローラからは、この検出信号に基づいて各電磁パルプ32a~32dに対して動作信号が出力されて、透過性膜体12内への炭酸ガスの供給量が適正に制御され、超純水の比抵抗値が設定された所定の範囲に調整される。

【0023】しかして、当該比抵抗調整方法においては、超純水を装置本体11の内孔11a内に供給すると、供給された超純水は多孔パイプ13の内周側と外周側とを流れ、この間に、多数の貫通孔13aの作用により、透過性膜体12の外周に沿って流れる水流に乱流が生じる。このため、超純水における透過性膜体12を構成するパイプ群12aの外周に接触する乱流は、炭酸ガスの気泡の透過孔の開口からの離脱を助勢するとともに、離脱後の気泡の超純水への拡散を助勢して、超純水への炭酸ガスの溶解を促進させて、超純水の比抵抗値を効率よく低減させる。

【0024】(第2の比抵抗調整装置および比抵抗調整方法) 図3および図4には、本発明に係る超純水の比抵抗調整装置の他の一例が示されている。当該比抵抗調整装置は、乱流発生手段として、多数の邪魔板を主体する 40水流規部材18を採用しているもので、水流規制部材18の採用している点を除けば、上記した第1の比抵抗調整装置とは同一の構成のものである。従って、当該比抵抗調整装置においては、第1の比抵抗調整装置と同一の主要構成部材、およひ同一の主要構成部位には、同一の符号を付してそれらの詳細な説明を省略し、主として、水流規制部材18、およびこれに関連する事項について詳細に説明する。

【0025】水流規制部材18は、複数の第1邪魔板1 8 a,, 第2邪魔板18 a,と、各邪魔板18 a,, 18 a, を支持する一対のロッド 18 b とからなるもので、各邪魔板 18 a, 18 a, 18 a, は径方向に所定幅を有する半円弧状を呈している。第 1 邪魔板 18 a, と第 2 邪魔板 18 a は、それらの各端部にて各ロッド 18 b に 貫通された状態で固定されて、交互に配置されている。各ロッド 18 b は、それらの各端部にて、各支持管 12 b, 12 c の外周に位置する各プラグ 14 a, 14 b に取付けられている。この状態においては、各邪魔板 18 a は透過性膜体 12 を構成するパイプ群 12 a の外周に所定の間隔を保持して位置している。

【0026】当該比抵抗調整装置を使用して超純水の比抵抗値を調整するには、上記した第1の比抵抗調整装置を使用する場合と全く同様であり、被処理水である一定の温度の超純水を供給管路21を通して一定の圧力、一定の流量で内孔11a内に供給するとともに、流出管路22を通して流出させ、かつ透過性膜体12内へは炭酸ガスをガス流量調整機構30を介してガス導入管路23を通して供給するとともに、ガス流出管路24を通して流出させる。

【0027】しかして、当該比抵抗調整方法においては、超純水を装置本体11の内孔11 a内に供給すると、供給された超純水は透過性膜体12の外周に沿って流れるが、この間に、複数の各邪魔板18 a1、18 a2の作用により流れを規制されて、透過性膜体12の外周に沿って流れる水流に乱流を生じさせる。このため、超純水における透過性膜体12を構成するバイブ群12 aの外周に接触する乱流は、炭酸ガスの気泡の透過孔の開口からの離脱を助勢するとともに、離脱後の気泡の超純水への拡散を助勢して、超純水への炭酸ガスの溶解を促進させて、超純水の比抵抗値を効率よく低減させる。

【0028】(実験)図1および図2に示す第1の比抵抗調整装置、図3および図4に示す第2の比抵抗調整装置、およひ多孔パイプ13、水流規制部材18等乱流発生手段のない比抵抗調整装置を使用して、超純水の比抵抗値を調整する実験を行った。

【0029】本実験で使用した比抵抗調整装置の基本構成は、装置本体11における内孔11aの長さが105mmで内径が27mm、透過性膜体12におけるハイブ群12aの長さが195mmで外径が14mm、ハイブ群12aを構成する各パイプがボリブロビレン製(炭酸ガス透過膜)で内径が0.2mmである。

【0030】また、多孔パイプ13としては2種類のものを採用しており、第1多孔パイプは、長さが150mmで、外径26mm、内径20mmであり、また第2多孔パイプは長さが150mmで、外径26mm、内径22mmである。各多孔パイプにおいては、その周壁に、直径が5mmの同一径の貫通孔13aが長手方向に4列に総計116個形成されている。

【0031】また、水流規制部材18は全体の長さが1 50 50mmで、第1邪魔板18al、第邪魔板18a2は同 一形状で、外径が26mm、内径が18mm、厚みが 1.5mmのものであり、3枚の第1邪魔板18al と、2枚の第2邪魔板18a2とを同一間隔で交互に配

置されている。

【0032】これらの各比抵抗調整装置を使用して、超純水を流量2L/minと12L/minで流通させて炭酸ガスを種々の圧力で供給した場合の、超純水の比抵抗値を測定した。得られた結果を表1および表2に示す。但し、超純水の比抵抗値は、内孔11aの流出口か超純水の流量が2L/minの場合

ら400mm下流側で測定した値である。

【0033】また、各表において、実験NO.1は乱流発生手段を採用していない装置を使用した場合、実験NO.2は第1多1パイプを採用している装置を使用した場合、実験NO.3は第2多1パイプを採用している装置を使用した場合、実験NO.4は水流規制部材を採用している装置を採用した場合をそれぞれ示している。

[0034]

【表 1】

炭酸ガス圧力 (kg/cm²)	実 験 NO. (比抵抗値: MΩ・c m)			
	1	2	3	4
0. 1	0. 12	0.08	0.09	0.09
0. 2	0. 10	0.06	0.08	0.08
0. 3	0. 08	0.05	0.07	0.08
0. 4	0. 08	0. 04	0.06	0. 07
0. 5	0. 08	0.04	0.06	0. 07
0. 6	0. 08	0.04	0.06	0.07
0. 7	0.08	0.04	0.06	0.07

【表2】

[0035]

超純水の流量が12L/minの場合

9

炭酸ガス圧力	実 験 NO. (比抵抗値: MΩ-cm)				
(kg/cm²)	1	2	3	4	
0.1	0.39	0.31	0.32	0.35	
0. 2	0. 24	0.19	0.20	0. 21	
0.3	0. 17	0.14	0. 15	0.15	
0.4	0. 14	0.12	0.12	0.13	
0. 5	0. 13	0.10	0.11	0.11	
0.6	0.12	0.09	0.10	0.10	
0. 7	0.12	0.08	0.10	0.10	

【0036】表1および表2を参照すると、超純水の流量の如何に関わらず、乱流発生手段を採用している場合には比抵抗値が低く、超純水の比抵抗値を効率よく低減させることができ、乱流発生手段のうちでも多孔パイプ13を採用している場合には、比抵抗値が低い値に調整されることがわかる。従って、比抵抗調整装置に適した乱流発生手段を適宜選択して採用することにより、超純水の比抵抗値を効率よく低減させることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る比抵抗調整装置の一例を示す縦断 正面図である。

【図2】同比抵抗調整装置の図1における矢印2-2線 方向に見た縦断側面図である。

【図3】本発明に係る比抵抗調整装置の他の一例を示す 縦断正面図である。

【図4】同比抵抗調整装置の図3における矢印4-4線

方向に見た縦断側面図である。

#### 【符号の説明】

11…装置本体、11a…内孔、11b, 11c…環状凹所、11d, 11e…環状構、11f, 11g…接続孔、12…透過性膜体、12a…パイプ群、12b, 12c…支持管、13…多孔パイプ、13a…貫通孔、14a, 14b…プラグ、15a, 15b…ネジ部材、1306…導入用キャップ、16a…ガス導入孔、17…導出用キャップ、17a…ガス導出孔、18…水流規制部材、18a<sub>1</sub>, 18a<sub>2</sub>…邪魔板、18b…ロッド、21…供給管路、22…流出管路、22a…非抵抗値センサー、23…ガス導入管路、24…ガス流出管路、30…ガス流量調整機構、31a~31d…流路、32a~32d…電磁バルブ、32a~32d、33…ガスフィルター部。

